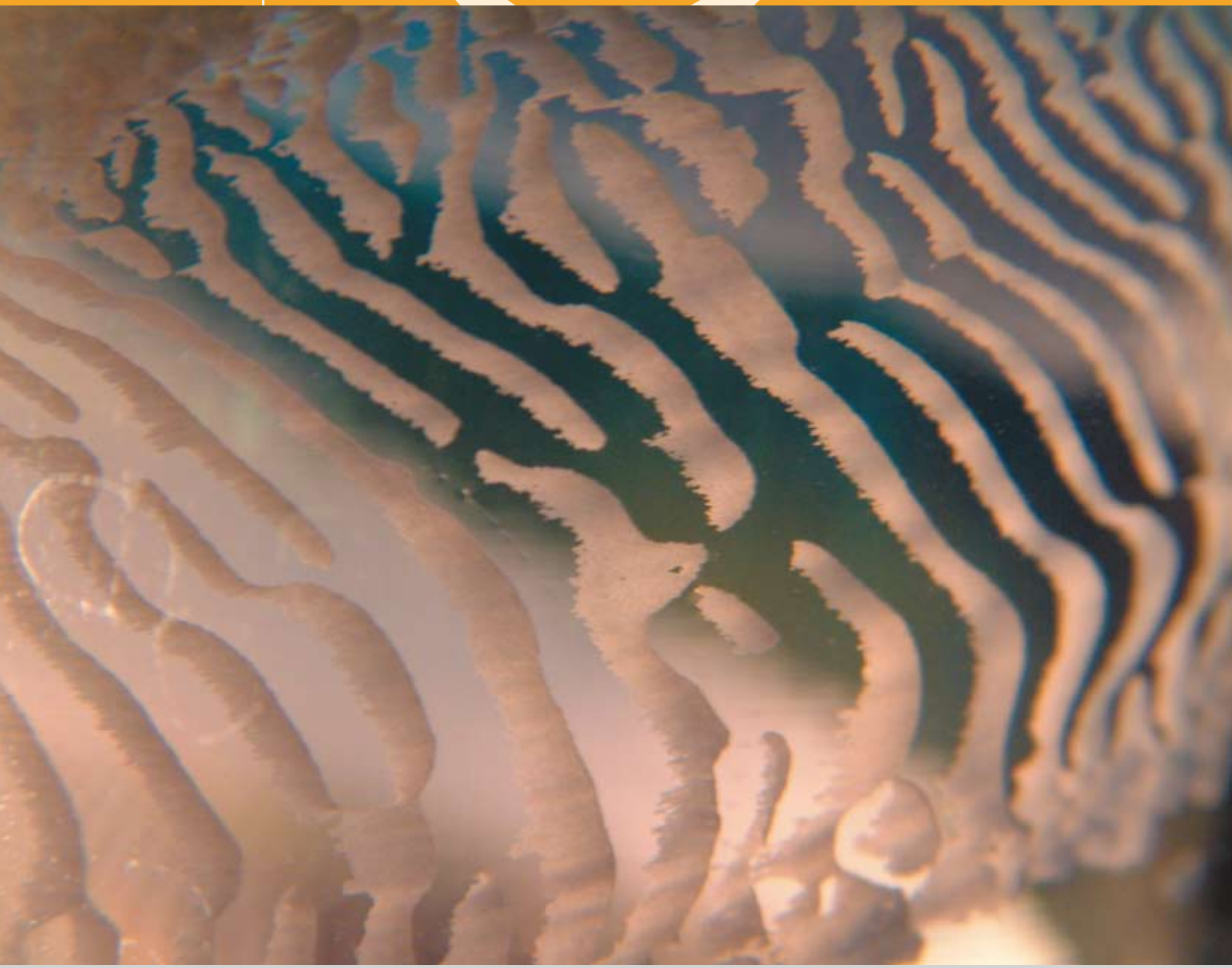
BÜCHI SWITZERLAND

# best@buchi

Evaporation

Information Bulletin
27 2003



## ミニスプレー ドライヤーにおける回収サンプルの収率を画期的に向上する高性能サイクロンの開発

卓上型スプレードライヤーでは、サンプルの高い回収率と生産性の向上が期待されおり、貴重なサンプルを扱う場合は特にこの点が重要となります。ここではビュッヒの新しい高性能サイクロンがどのような設計になっているのかを標準ガラスサイクロンと比較しながら紹介します。

www.nihon-buchi.jp

# ミニスプレー ドライヤーにおける回収サンプルの収率を画期的に向上する高性能サイクロンの開発

著者： Dr. Harry Brandenberger, BÜCHI Labortechnik, Flawil, Switzerland

## 噴霧乾燥

多くの応用分野では、液体を粉末の形の固体に変換するために噴霧乾燥が利用されています。原料サンプルは高温の蒸気ガス流の中に散布され、噴霧乾燥によって粒子となります。この粒子を含むガス流はサイクロンまたはフィルターシステムによって回収サンプルと排ガスに分離されます。
この乾燥技法は熱に弱く敏感な物質、例えば、蛋白質、脂質、バイオ触媒あるいは伝統的医薬の抽出物などの広い範囲に応用されています。少量サンプルの噴霧乾燥は予備試験やその後のスケールアップのみならず実際の少量生産にまで利用されます。
システムにおけるサンプルの収率がプロセス評価のキーパラメータとなり、特に高価なサンプルを試験する場合には収率の重要性が高くなります。

## サイクロン技術

分離器として用いられるガラスサイクロンは１世紀以上にわたって広く工業的に使用されてきた粉塵捕集装置です。その主な利点は簡単な構造と可動部品がないことにあります。分離の原理はガス流からの粒子の慣性沈降です。逆流サイクロンにおいてはガスは接線方向から導入され、サイクロン内で旋回します。これにより重力の百ないし千倍に相当する遠心力が発生し、粒子は壁の方向に移動しつつサイクロンの下部に移動する一方、ガスはサイクロン上部の出口に向け旋回しつつ移動します。
（図１参照）

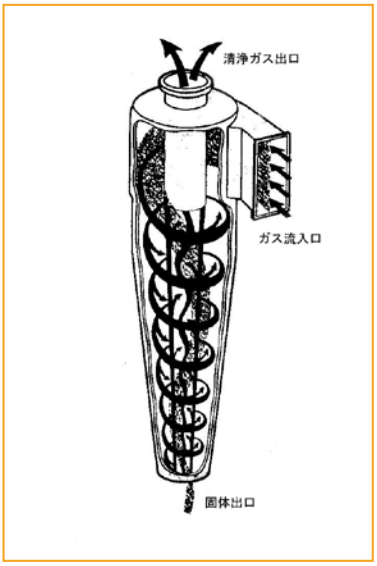


*図 1. 逆流サイクロンの模式図（Sowter［1986］*2 による）*

サイクロンによる分離は重要な工業プロセスであるとみなされてきたので、その仕組みの理解と改良の為に多くの研究がなされてきました。これまでに原理の異なる数種のモデルが開発されており、それらをみるとサイクロン中の複雑な流体力学的挙動の基本的理解は未だに達成されていないことが分かります。サイクロン研究の目的は、高分離率（より高いサンプル回収率とより清浄な排ガスへの分離）、圧力降下（より小型のコンプレッサーの使用の可能）および設計（投資コストの削減）における最適値を求めることにあります。

## 噴霧乾燥用サイクロンの設計

ラボ用噴霧乾燥器（スプレードライヤー）においてはサンプルの回収率の向上が最も重要であり、これについては多くの学者達によって研究されてきました。その報告の中には標準サイクロン付属のビュッヒのミニスプレードライヤー B-190 を扱った Maa et al.［1998］*1 の研究が最も的を得たものであり、この報告によると 2μm以下の粒子の分離には限界があり、フィルター中へのサンプル流出を招くことになると結論が出されています。よってサンプルの平均粒子径が2μm以下である医薬デリバリーやナノテクノロジーなどの応用分野においては、標準ガラスサイクロンは不適当であることになります。

### 設計の改良

ビュッヒが製造している卓上型スプレードライヤーのサイクロン内面には導電性層がコーティングされており、この特殊コーティングにより静電気による付着が抑制され、サイクロン内のサンプル損失が減少します。この特殊コーティングによる効果は物質の性質に強く依存し、たとえば蛋白質ではほとんど差はみられない（Maa et al.［1998］）*1 のに対し、医薬品分野における代表的組成であるラクトースの場合は分離性能の差は歴然としています（図２参照）。

表１は同一乾燥条件下における収率の比較です。

サンプルの粒子直径が小さくなるにつれ、慣性力に対して表面引力が増加します。従ってサイクロン内壁と粒子の間に付着力が生じ、砂漠の無限に続く砂丘を想起させる自然の構造ができあがるのです（表紙写真参照）。
Near-mesh 粒子径（分離の理論的限界直径）はサイクロンの直径と密接に関連し、サイクロンが小さいほど小さい粒子を分離することができます。Stairmand［1951］*3 は高性能サイクロンの標準付属を推奨しています。これらの研究結果とガラス職人の技術をもとにしてビュッヒの新サイクロンが開発されました。サンプル回収容器も小型化され、取り扱いも改良されました（図３参照）。

| | |
|---|---|
| サンプル<br>装　置<br>乾燥条件 | ラクトース、濃度 10%<br>ビュッヒミニスプレードライヤー B-290<br>入口温度：165 ℃<br>出口温度：83 ℃<br>アスピレーター：100 %<br>ポンプフィード速度：30 % |
| 収　率 | 非コーティングサイクロン：28 %<br>コーティングサイクロン：76 % |

*表 1. 噴霧条件と収率の結果：非コーティングとコーティングサイクロンの比較*

*1 Maa et al.［1998］"Spray-Drying Performance of a Bench-Top Spray Dryer for Protein Aerosol Powder Preparation, Biotechnol. Bioeng., 60,3, 301-309" より
*2 Sowter, J.K. [1986] Cyclones in industrial processes, Van Tongeren Intl. Ltd. より
*3 Stairmand［1951］"The design and performance of cyclone separators, Trans. Instn Chem. Engrs, 29, 356-383" より

*図 2.　a ) 非コーティングサイクロン :　内壁上にサンプル損失*
*b ) コーティングサイクロン :　サンプル付着が少ない*

| | |
|---|---|
| サンプル | 硫酸アンモニウム $(NH_4)_2SO_4$<br>濃度 1%, 5% と 20% |
| 装　置 | ビュッヒミニスプレードライヤー B-290 |
| 乾燥条件 | 入口温度 :　160 ℃<br>出口温度 :　85 ℃ ( 大型サイクロン )<br>72 ℃ ( 小型サイクロン )<br>アスピレーター : 100 %<br>ポンプフィード速度 : 35 % |

*表 2. サイクロンの分離率比較のための乾燥条件*

## 分離性能の測定

通常、噴霧乾燥プロセスにおける回収サンプルと排ガスの分離性能とは、回収されたサンプル重量と注入した原料サンプル重量の割合で表現されます。しかしこの見方はプロセス全体の性能を反映するものの、サイクロン自体の分離性能を定量化するものではありません。そこでサイクロン中で回収されなかった粉末を厚床ポリエステルフィルターを用いて回収･測定し、高性能サイクロンと標準サイクロン（両者とも導電性層コーティングを施した）の回収率の比較を行いました。

種々の濃度の塩（硫酸アンモニウム水溶液）を噴霧乾燥してそれぞれの粒子サイズ分布をレーザー回折分析機で測定しました。濃度

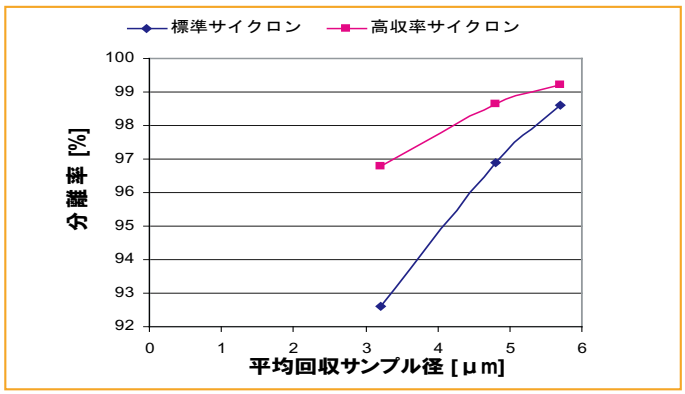



*図 4.　噴霧乾燥したアンモニウム塩の 2 種のサイクロンによる分離率*

*図 3　小型回収サンプル容器とガラスエルボーを備えた高性能サイクロン。このサイクロンは全タイプのビュッヒミニスプレードライヤーに取付け可能*

1% ～ 20%(w/w) の場合の平均粒子径は 3.2 ～ 5.7 µ mでした。また、表 2 の条件でミニスプレードライヤー B-290 により噴霧乾燥すると、小型サイクロンの圧力降下は大きく、高温乾燥空気の排気量が少なくなる為に出口温度は低くなりました。

次に、150ml の溶液を乾燥した後、フィルターを 500ml の蒸留水で洗い、洗液中の窒素をケルダール法で定量します。そこからアンモニウム塩の量を計算し、分離率を算出しました。（分離率とは回収容器で回収されたサンプル量とフィルターで回収されたサンプル量の割合です。）結果は図 4 のようになります。

分離性能は噴霧した物質の種々の性質に強く依存するので、結果を予測するのは容易ではありません。スイス連邦工科大学における研究プロジェクトの結果、Poly-lactid-co-glucolic-acid (PLGA) の収率が 50.6% から 62.0% に改善でき、興味あることには処理した回収サンプル量はわずか 150mg と 1500mg でした。このことは極めて少量の原料サンプルを小型高性能サイクロン付きのミニスプレードライヤーで噴霧乾燥できる可能性があることを示しています。
小型回収サンプル容器は少量の粉末に理想的です。容器には蓋がなく、直接密閉スクリューカップリングでサイクロンに接続される効率よい設計となっています。またこの容器は、製品の保存や回収後の処理容器としても使用できます。

## 結　論

ここで紹介した新しい小型高性能サイクロンは、標準サイクロンより高い分離率を示し、特に粒子サイズの小さいサンプルに適しています。この高性能サイクロンにより、より少量の高価値サンプルの噴霧乾燥プロセスを最適化することができます。

# 有機溶媒 / 混合溶液の
# 安全で効率的なスプレードライが行えます！

## おもな特長と利点

1. 水・有機溶媒の両方のサンプル処理が可能
2. 少量のサンプルでも粉体の回収が可能
3. 装置の分解・洗浄・組立作業が非常に簡単
4. 運転中のスプレーノズルの詰まりを防止する自動クリーニング機能付
5. 静電気による粉体の付着を抑え、収率の優れた特殊サイクロンを採用
6. 圧力・酸素モニタリング機能により有機溶媒でも安全（B-295 併用）
7. 熱に弱いサンプルにも対応可能

## アプリケーション

- 溶液からの噴霧乾燥
- 構造変化
- 懸濁溶液の乾燥
- 凝集
- 噴霧結晶化
- マイクロカプセル化とコーティング

溶液から直接粉末を得ることができるだけでなく、以下のような加工も簡単に行うことができます。

- 粒径の変更
- 懸濁溶液の乾燥
- 粒子のコーティング
- マトリックス中の液体、固体材料の不動化
- マイクロカプセルの製造

### 本体およびアクセサリーの注文情報

**ミニスプレードライヤーB-290**

**水溶液用スプレードライ**
標準タイプ 44781
耐酸性タイプ 11056421

**ミニスプレードライヤーB-290**

**水溶液および有機溶媒用 (B-295併用)** 44700

**イナートループB-295**

60Hz 用 46345
50Hz 用 44779

**除湿装置B-296**

40181

**スプレーチリング**

40352

**アウトレットフィルターセット**

標準タイプ 44754
耐酸性タイプ 11056333

**ワゴン**

41257

**インレットフィルターセット**

11235

**安全カーテン**

44783

**フィードスイッチバルブ**

44725

**リモートコントロールパネル**

44702

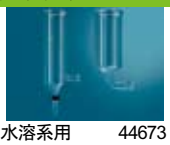
**ノズル**

2流体ノズル 44698
3流体ノズル 46555

**ガラスセット**

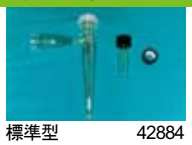
44680

**ガラスシリンダー**



水溶系用 44673
有機溶媒系用 44697

**サイクロンセット**



標準型 42884
高性能小型 46369

**熱交換器（B-296用）**

40059

**ガラスシリンダー用保温カバー**

40058

**吸着カラムセット**

46560

● このカタログに記載の価格および仕様、外観は2011年2月現在のものです。 ● 製品改良のため、仕様および外観が予告なく変更されることがありますので、ご了承ください。
● カタログの色と実際の製品の色とは、多少異なる場合があります。 ● 本カタログに記載の価格には消費税は含まれておりません。 ● ご使用の前に、必ず取扱説明書をお読みください。
● 有機溶媒を使用される際は、適切な排気装置が付いた部屋でご使用ください。

**日本ビュッヒ株式会社**

本　　社　〒110-0008　東京都台東区池之端 2-7-17 IMON ビル 3F
TEL: 03-3821-4777　FAX: 03-3821-4555
大阪営業所　〒533-0033　大阪市東淀川区東中島 1-18-31 新星和新大阪ビル 7F
TEL: 06-6990-5166　FAX: 06-6990-5167
名古屋営業所　〒462-0810　愛知県名古屋市北区山田 1-7-23 ホワイトヴィラ 1F 1A
TEL: 052-981-5001　FAX: 052-875-9171

www.nihon-buchi.jp
e-mail: info@nihon-buchi.co.jp

NBKK D05-0211